



ENSAIOS DE PULLOUT DE FIBRAS DE RAMI EM MATRIZ EPOXÍDICA¹

Frederico Muylaert Margem²
Jarbas Bravo Neto³
Sergio Neves Monteiro⁴

Resumo

Ensaio de pullout são realizados para calcular o comprimento crítico e a tensão cisalhante interfacial de fibras que atuam como reforço de matriz de materiais compósitos. Em relação às fibras naturais lignocelulósicas, existem até agora poucos resultados de pullout relativos a essas fibras, podendo-se citar aqueles obtidos com fibras de rami embutidas em resina poliéster. Existe necessidade de se investigar outras resinas poliméricas, assim, o objetivo do presente trabalho foi o de realizar uma análise de novos dados relativos a ensaios de pullout de fibras de rami embutidas em resinas epoxídicas DGEBA/TETA estequiométrica. Os resultados desta análise atualizaram os valores do comprimento crítico e da resistência interfacial nestes compósitos.

Palavras-chave: Fibra de rami; Compósitos; Matriz epóxi; Ensaio de pullout; Comprimento crítico.

PULLOUT TESTS OF RAMI FIBERS EMBEDDED IN EPOXY MATRIX

Abstract

Pullout tests are conducted to evaluate the critical length and the interfacial shear stress of fibers that are used as matrix reinforcement in composite materials. Regarding the materials lignocellulosic fibers, there has been so far few pullout tests results. The ramie fibers has been recently investigated in pullout test associated with polyester resin. There is a need to investigate other polymeric resins. Therefore, the objective of the present work was to objective of the present work was to carried to pullout tests in ramie fibers embedded in stoichiometric DGEBA/TETA epoxy resin. The results permitted to obtain the values for the critical length and the interfacial resistance in the composites.

Keywords: Rami fiber; Composites; Epoxy matrix; Pullout test; Critical length.

¹ Contribuição técnica ao 65º Congresso Anual da ABM, 26 a 30 de julho de 2010, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² D.Sc, LAMAV – CCT/UENF.

³ Graduando, Laboratório de Materiais Avançados – LAMAV, Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense, CCT/UENF, Av. Alberto Lamego, 2000, 28015-620, Campos dos Goytacazes, RJ – Brasil. babasneto@hotmail.com

⁴ PhD, Professor Titular, LAMAV – CCT/UENF.



1 INTRODUÇÃO

Mudanças climáticas vem sendo cada dia mais discutidas na sociedade, elevando assuntos ambientais a um plano de destaque. Cabe, assim, à ciência, buscar alternativas que respondam às essas necessidades. Por isso, para Bledzki e Gassan,⁽¹⁾ as fibras naturais vêm sendo cada vez mais utilizadas como reforço em polímeros para fabricação de materiais compósitos, pois preenchem requisitos ambientais, técnicos e econômicos.

As fibras naturais despontam como alternativas ambientalmente corretas, devido a seu baixo custo, a biodegradabilidade e a natureza renovável.⁽¹⁾ Sua origem pode ser tanto animal quanto vegetal lignocelulósicas, podendo ser extraídas ou cultivadas. Por serem mais facilmente adquiridas, as fibras lignocelulósicas são alvos de pesquisas recentes, já havendo inúmeras publicações.⁽²⁻⁵⁾ Contudo, ainda há muitas fibras naturais que estão em estado inicial de estudo,⁽⁶⁻¹¹⁾ sendo apontadas com grande potencial para uso em compósitos, estando o Rami (*Boehmeria nivea*) entre elas.

Os materiais compósitos reforçados com fibras longas e alinhadas são considerados tecnologicamente mais relevantes da engenharia, pois apresentam o melhor desempenho mecânico comparado aos outros tipos de compósitos.⁽¹²⁻¹⁴⁾ Para caracterizá-la, utiliza-se o conceito de comprimento crítico. Abaixo de um valor mínimo, ou seja, o crítico, a fibra é considerada curta, acarretando em uma ineficiente transferência da carga externa aplicada sobre a matriz do compósito.

Baseado neste conceito, Kelly e Tyson⁽¹⁵⁾ propuseram um ensaio que determinasse o comprimento crítico de uma determinada fibra em uma matriz, onde haveria o arrancamento individual da fibra, conhecido como “Pullout” na literatura inglesa. Este ensaio vem sendo utilizado em fibras sintéticas⁽¹⁶⁻¹⁸⁾ e naturais,⁽¹⁹⁻²¹⁾ havendo recente publicação⁽²²⁾ que interpreta os seus procedimentos. Então, dispondo do comprimento crítico, pode-se avaliar também a tensão cisalhante interfacial,⁽²³⁾ τ_i :

$$\tau_i = \frac{r \sigma_f}{2l_c} \quad [1]$$

onde r é o raio da fibra e σ_f sua resistência à tração.

No caso de fibras de rami em matriz de poliéster, ensaios de pullout (24) revelaram um comprimento crítico de 1,6 mm e, pela Eq. [1], uma tensão cisalhante interfacial de $3,10 \pm 1,17$ MPa. Visando dar continuidade a esta investigação em fibras de rami ensaiadas em pullout à matriz polimérica, o presente trabalho realizou uma análise preliminar do desempenho desta fibra em matriz epoxídica por meio de ensaios de pullout.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Fibras de rami (*Boehmeria nivea*) foram obtidas da firma Sisalsul Indústria de Fibras, que comercializa o produto cultivado no Estado de São Paulo. Uma avaliação estatística dos diâmetros das fibras está apresentada nos histogramas da Figura 1. O valor médio do raio obtido nesta avaliação estatística foi: 0,0125 mm.

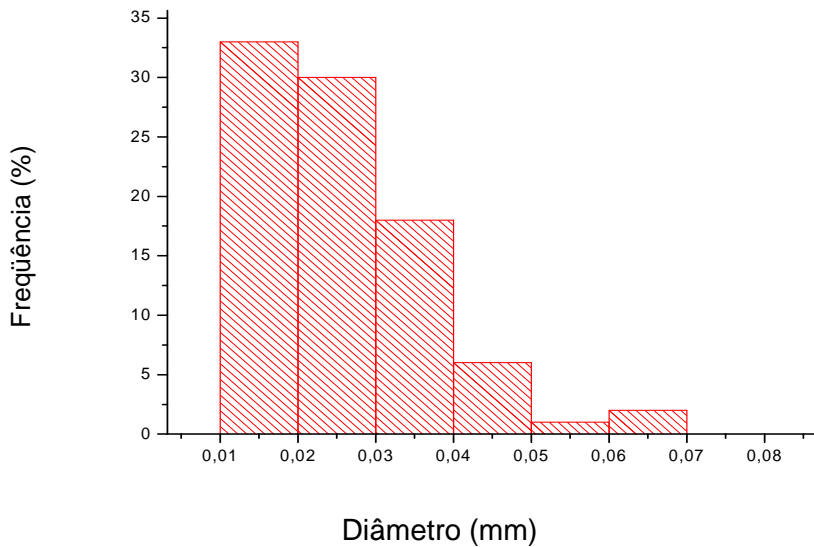


Figura 1 – Histograma de distribuição do diâmetro das fibras de rami.

Os ensaios de pullout foram realizados de acordo com o esquema mostrado na Figura 2. As fibras foram parcialmente embutidas em um encaixe cilíndrico de epóxi até o comprimento L que variou de 1 mm a 30 mm. O encaixe, com diâmetro de 6 mm, foi moldado em um tubo de alumínio, sendo a fibra inserida enquanto a resina epóxi estava líquida. A resina epóxi utilizada foi do tipo éter diglicídico do bisfenol-A (DGEBA) misturada ao endurecedor trietileno tetramina (TETA) estequiométrica, comercialmente disponível. No momento da moldagem, acrescentou-se à resina o endurecedor, na razão de 13 partes para 100 partes de resina, phr 13. A cura foi realizada à temperatura ambiente, por volta de 25°C. O encaixe e a parte livre das fibras (Figura 2), foram presos em garras sob pressão e ensaiados em máquina Instron modelo 5582 com capacidade de 100 kN a uma velocidade constante de $3,3 \times 10^{-5}$ m/s. Foram ensaiados 15 corpos de prova para cada comprimento de fibra embutido no esquema da Figura 2 com um certo valor de L , visando garantir uma análise estatística.

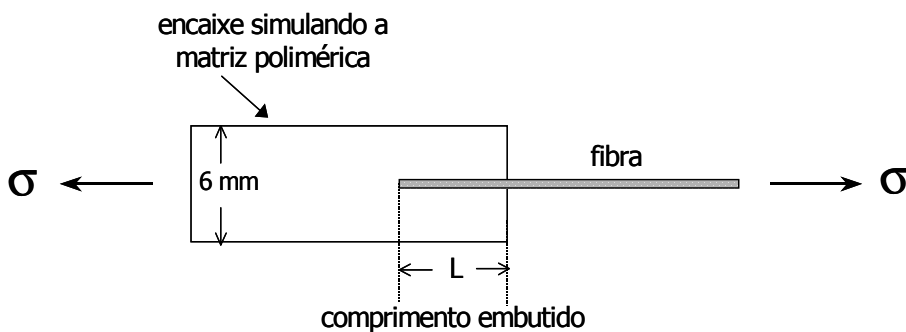


Figura 2 – Esquema do corpo de prova do ensaio de pullout.

A ruptura ou escorregamento da fibra após o ensaio foi analisada por microscopia eletrônica de varredura, MEV, em um microscópio Jeol, modelo JSM-460 LV do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, PEMM/COPPE/UF RJ, e SSX-500 Shimadzu do Laboratório de Materiais Avançados, LAMAV/UENF, utilizando elétrons secundários acelerados a 15 kV.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 3 ilustra o aspecto característico das curvas de força em tração vs. alongamento de corpos de prova correspondentes a alguns dos comprimentos embutidos selecionados. Em relação a esta figura, é importante mencionar que a curva associada ao comprimento embutido de 1 mm (Figura 3a), apresenta serrilhações típicas de um processo de escorregamento gradativo. Ou seja, nestes corpos de prova, a fibra terminou sendo totalmente arrancada da cápsula de epóxi sem se romper.

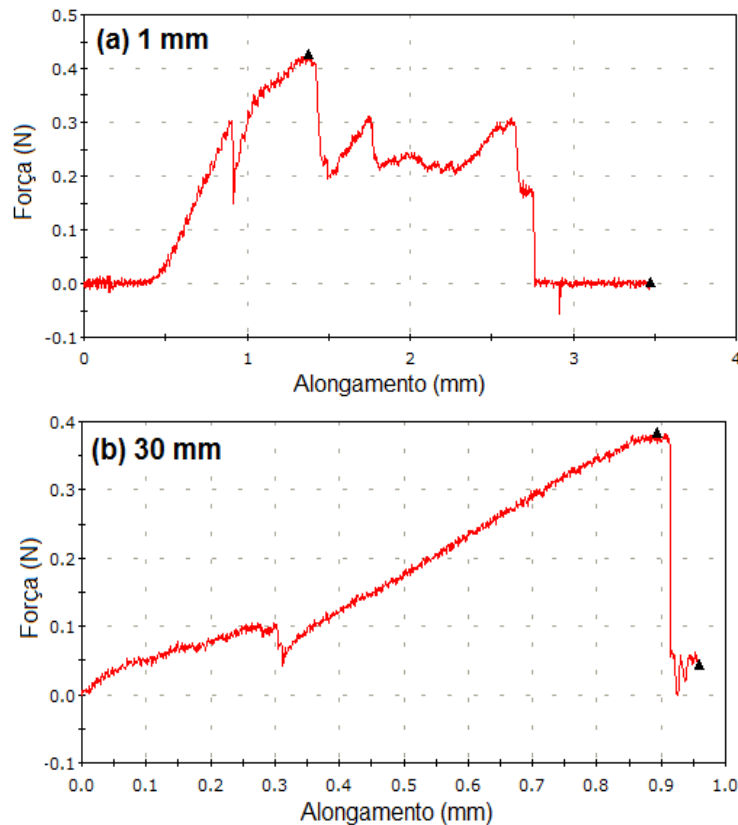


Figura 3 - Curvas de força em tração vs. alongamento para corpos de prova selecionados com diferentes comprimentos embutidos (a) 1 mm e (b) 30 mm.

No caso da curva associada ao comprimento embutido de 30 mm (Figura 3b) o corpo de prova rompeu-se na fibra. Neste caso, não houve escorregamento, isto é a fibra não foi arrancada da cápsula de epóxi como no corpo de prova da curva da Figura 3a. As pequenas oscilações observadas em todas as curvas durante o aumento da força não correspondem ao processo de arrancamento da fibra. Estas oscilações estão relacionadas com a ruptura, uma a uma, das fibrilas que constituem uma fibra de rami até a fratura final desta fibra.

Com base nos resultados de curvas como as da Figura 3, calculou-se a tensão máxima atingida em cada ensaio dividindo-se a força pela área da seção reta da fibra que constituía o corpo de prova de pullout (Figura 2). Esta área foi obtida antes do ensaio através de três medidas de diâmetro, em cada fibra, considerando a seção reta como circular. Para cada comprimento embutido, foram realizados 15 ensaios de pullout a fim de garantir uma precisão estatística.



A Figura 4 apresenta a curva geral de pullout para fibras de rami embutidas em resina epóxi, seguindo o esquema de ensaio da Figura 2. Além das tensões máximas (pullout stress) com suas respectivas barras de erro, correspondentes à média e desvio padrão dos ensaios de pullout para cada comprimento embutido, a Figura 4 mostra também duas linhas horizontais tracejadas. Estas horizontais são indicativas do intervalo de 1124 à 2482,3 MPa reportado⁽²⁴⁾ para a resistência à tração de fibras de rami.

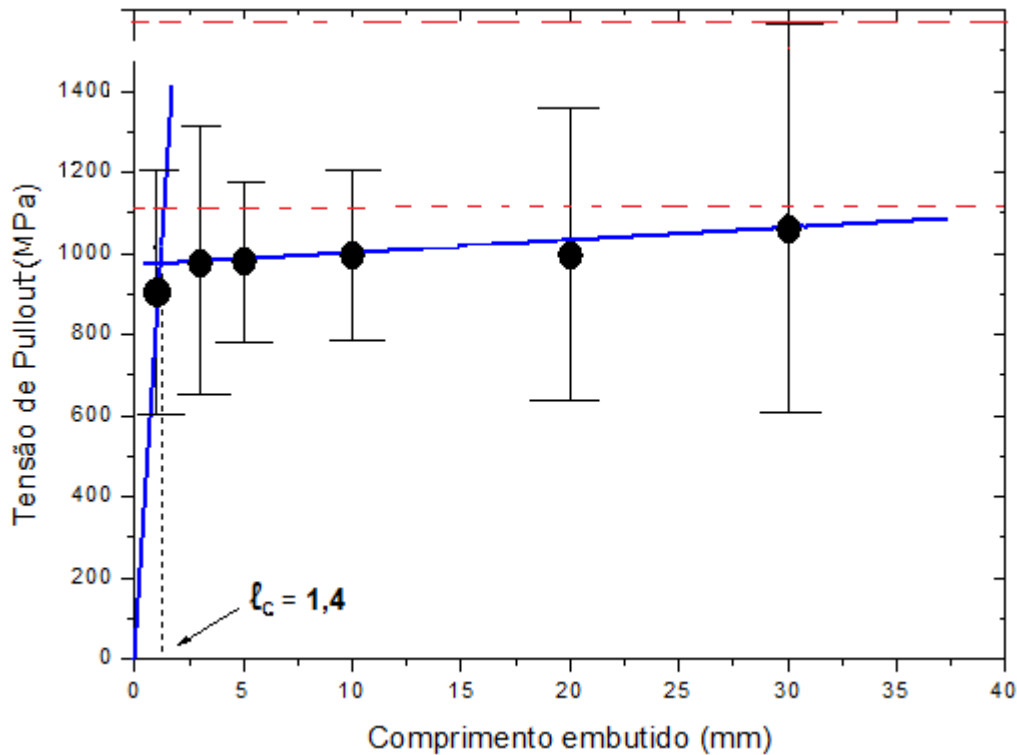


Figura 4 - Curva de pullout para fibras de rami embutidas em resina epóxi.

O primeiro comentário da Fig.4 é a respeito da dispersão relativamente larga quando se observa as barras de erro. Esse comportamento se explica pelas características heterogêneas e intrínsecas das fibras naturais.⁽²⁵⁾ Como consequência, independentemente do número de fibras que venham a ser ensaiadas, sempre haverá uma dispersão considerável.

Apesar da larga dispersão, à medida que se diminui o comprimento embutido, há uma tendência de queda na tensão de pullout. Analisando esse comportamento e o fato de que para o comprimento de 1 mm a fibra foi arrancada, pode-se utilizar a metodologia adotada na publicação⁽²²⁾ para encontrar o comprimento crítico. Assim, o trecho inicial da curva foi representado pela reta que passa pela origem e pelo ponto correspondente a 1 mm. E o segundo trecho foi representado pela reta que melhor se ajustou aos cinco outros pontos (3 mm, 5 mm, 10 mm, 20 mm e 30 mm) onde ocorre preferencialmente por ruptura da fibra.

Seguindo a metodologia adotada, o valor do comprimento crítico da fibra de rami na matriz de epóxi DGEBA/TETA estequiométrica deste trabalho foi calculado na interseção do primeiro com o segundo trecho da curva de pullout da Figura 4. O valor obtido de $l_c = 1,4$ mm é pouco menor que o valor de 1,6 mm obtido para ensaios de pullout de fibras de rami em resina poliéster⁽²⁴⁾. Com base neste comprimento crítico calculou-se a tensão cisalhante interfacial através da Eq. [1]

utilizando-se $r=0,0125$ mm, Fig. 1, e $\sigma_f=1202$ MPa, como média dos limites de resistência à tração para fibras de rami.⁽⁶⁾

$$\tau_c = 5,36 \text{ MPa} \quad [2]$$

O valor da tensão cisalhante interfacial na Eq. [2] é o maior comparado ao obtido para outras fibras lignocelulósicas em matriz polimérica, como apresentado na Tabela 1. Na realidade, pelo fato das fibras lignocelulósicas serem hidrofílicas e as resinas poliméricas, hidrofóbicas, é esperado uma baixa resistência interfacial fibra/matriz nestes compósitos.

Tabela 1 – Tensão cisalhante interfacial para fibras lignocelulósicas em matriz polimérica

Fibra/matriz	τ_c (MPa)	Referência
Rami/epóxi	5,36	Presente trabalho
Rami/Poliéster	3,10	(24)
Coco/epóxi	3,37	(21)
Coco/poliéster	0,43	(22)
Curauá/poliéster	0,50	(22)
Piaçava/poliéster	2,35	(19)
Sisal/poliéster	4,52	média de valores (6,19) estimado

Os resultados obtidos foram complementados com observações por MEV. A Figura 5 revela o aspecto da fibra de rami antes e depois do ensaio. É importante, nesta figura, notar a característica heterogênea da fibra, que é composta por vários filamentos ou fibrilas. Para as fibras que escorregaram da matriz (Figura 5b), foram encontrados vestígios da resina epóxi.

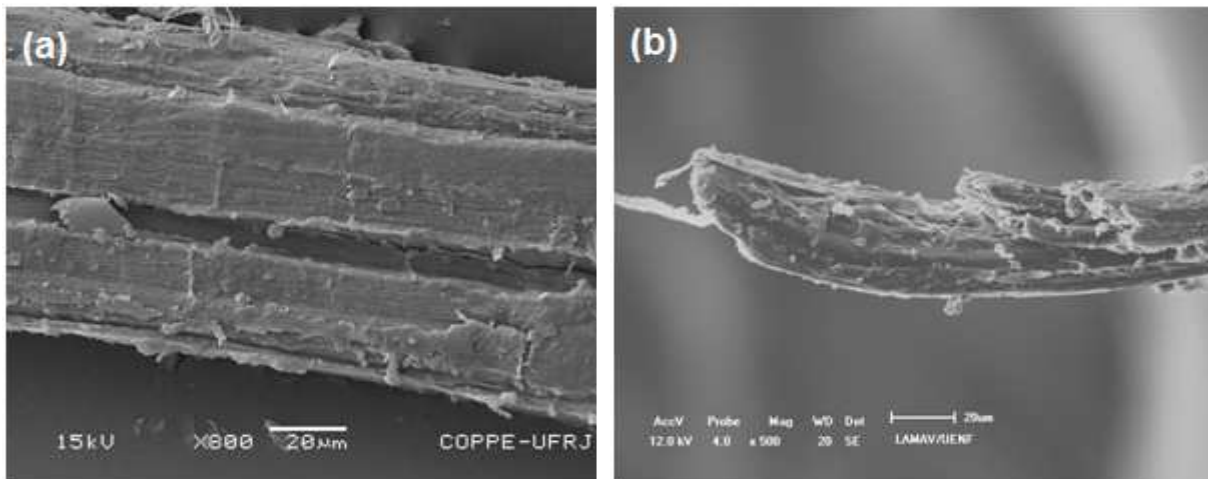


Figure 6 - Aspecto da fibra de rami: (a) antes do ensaio, 800 x e (b) depois do ensaio, 500 x.

O valor experimental determinado no presente trabalho para o comprimento crítico do compósito da fibra de rami/epóxi é realmente interessante. As fibras de rami que são extraídas possuem um comprimento aproximado de $l = 180$ mm, e o comprimento crítico encontrado experimentalmente é muito maior do que o aceito (23), $l > 15 l_c$, que define se uma fibra é contínua. Portanto, as fibras de rami



extraídas da planta já são contínuas e podem ser usadas em reforço para compósitos poliméricos.

4 CONCLUSÕES

Resultados de ensaios de pullout em corpos de prova de fibra de rami fixada à resina epóxi DGEBA/TETA estequiométrica, para comprimentos embutidos de 1 a 30 mm, permitiram construir uma curva da dependência da tensão com este comprimento.

Através desta curva de pullout, calculou-se um comprimento crítico $l_c = 1,4$ mm e uma tensão cisalhante interfacial $\tau_c = 5,36$ MPa, com base em metodologia desenvolvida para fibras lignocelulósicas.

Em termos de comprimento, as fibras de rami já são contínuas quando extraídas da planta, facilitando o seu emprego em compósitos poliméricos reforçados com esta fibra.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPERJ, CNPq, CAPES e FENORTE/TECNORTE. É também motivo de agradecimento a permissão para uso do MEV, pelo Prof. Luiz Henrique de Almeida do PEMM/COPPE/UFRJ.

REFERÊNCIAS

- 1 BLEZKI, A.K.; GASSAN, J. Composites reinforced with cellulose-based fibres. *Prog. Polym. Sci.*, v. 24, p. 221-274, 1999.
- 2 DOAN, T.-T.-L.; GAO, S.-L.; MÄDER, E. Jute/polypropylene composites. I. Effect of matrix modification. *Compos. Sci. Technol.*, v. 66, p. 952-963, 2006.
- 3 VAN DE WEYENBERG, I.; IVENS, J.; DE COSTER, A.; KINO, B.; BATENS, E.; VERPOEST, I. Influence of processing and chemical treatment of flax fibres on their composites. *Compos. Sci. Technol.*, v. 63, p. 1241-1246, 2003.
- 4 FUNG, K.L.; LI, R.K.Y.; TJONG, S.C. Interface modification on the properties of sisal fiber-reinforced polypropylene composites. *J. Appl. Polym. Sci.*, v. 85, p. 169-176, 2002.
- 5 MONTEIRO, S.N.; TERRONES, L.A.H.; CARVALHO, E.A.; D'ALMEIDA, J.R.M. Efeito de interface fibra/matriz sobre a resistência de compósitos poliméricos reforçados com fibras de coco. *Rev. Mater.*, v. 11, n. 4, p. 395-402, 2006.
- 6 SATYANARAYANA, K.G.; GUIMARÃES, J.L.; WYPYCH, F. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I: Source, production, morphology, properties and applications. *Composites: Part A*, v. 38, p. 1694-1709, 2007.
- 7 LEÃO, A.L.; TAN, I.H.; CARASCHI, J.C. Curaua Fiber – A Tropical Natural Fibre from Amazon – Potential and Applications in Composites. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON ADVANCED COMPOSITES, Hurghada, Egypt, May, 1998, p. 557-564.
- 8 ANGELINI, L. G.; LAZZERI, A.; LEVITA, G.; FONTANELLI, D.; BOZZI, C. Ramie (*Boehmeria nivea* (L.) Gaud.) and Spanish Broom (*Spartium junceum* L.) fibers for composite materials: agronomical aspects, morphology and mechanical properties, *Industrial Crops and Products*, v.11, n. 2-3, p.145-161, 2000.
- 9 HINDELEH, A. M.; JOHNSON, D. J.; Crystallinity and crystallite size measurement in cellulose fibres: Ramie and Fortisan. *Polymer*, v. 13, n. 9, p. 423-430, 1972.



- 10 ISHIKAWA, A.; OKANO, T.; SUGIYAMA, S.; Fine structure and tensile properties of ramie fibres in the crystalline form of cellulose I, II, III, and IV. *Polymer*, v. 38, n.2, p.463-468, 1997.
- 11 WOLLERDORFER, M.; BADER, H.; Influence of natural ramie fibers on the mechanical properties of biodegradable polymers, *Industrial Crops and Products*, v. 8, n. 2, p. 105-112, 1998.
- 12 HULL, D.; CLYNE T.W. **An Introduction to Composite Materials**, Cambridge: Cambridge Univers. Press, 1981.
- 13 AGARWAL, B.D.; BROUTMAN, L.J. **Analysis and Performance of Fiber Composites**, Nova York: John Wiley & Sons, 1990.
- 14 ASHBEE, K.H.G. **Fundamental Principles of Fiber Reinforced Composites**, Lancaster: Technomic Pub.Co. Inc., 1993.
- 15 KELLY, A., TYSON, W.R., **High Strength Materials**, Nova York: Wiley, 1965.
- 16 YUE, C.Y.; CHEUNG, W.L. Interfacial properties of fibrous composites: Part I. Model for the debonding and pullout processes. *Journal of Materials Science*, v. 27, p. 3173-3180, 1992.
- 17 YUE, C.Y.; LOOI, H.C.; QUEK, M.Y. Assesment of fibre-matrix adhesion and interfacial properties using the pullout test, *Int. Journal Adhesion and Adhesives*, v. 15, p. 73-80, 1995.
- 18 TANAKA, K.; MINOSHIMA, K.; GRELA, W.; KOMAI, K. Characterization of the aramid/epoxy interfacial properties by means of pullout test and influence of water absorption. *Composites Science Technology*, v. 62, p.2169-2177, 2002.
- 19 AQUINO, R.C.M.P.; MONTEIRO, S.N.; D'ALMEIDA, J.R.M. Evaluation of the critical fiber length of piassava (*Attalea funifera*) fibers using the pullout test, *Journal of Materials Science Letters*, v. 22, p. 1495-1497, 2003.
- 20 MONTEIRO, S.N.; D'ALMEIDA, J.R.M.; DE DEUS, J.F. Ensaio de pullout para avaliar o tamanho crítico de fibras naturais, In: 60° CONGRESSO ANUAL DA ABM, Jul. 2005, Belo Horizonte, Brasil, p.1-10.
- 21 MONTEIRO, S.N.; D'ALMEIDA, J.R.M.; DE DEUS, J.F. Ensaio de pullout de fibras de coco em matriz epoxídica, In: 63° CONGRESSO ANUAL DA ABM, Jul. 2008, Santos, Brasil, p.1-10.
- 22 MONTEIRO, S.N.; D'ALMEIDA, J.R.M. Ensaio de pullout em fibras lignocelulósicas – Uma metodologia de análise. *Rev. Mater.*, v.11(3), p. 189-196, 2006.
- 23 CALLISTER, W.D. **Materials Science and Engineering- An Introduction**, New York: John Wiley and Sons, 2000, p. 445.
- 24 MONTEIRO, S.N.; MARGEM, F.M.; BRAVO NETO, J. Evaluation of the interfacial strength of ramie fibers in polyester matrix composites, In: CHARACTERIZATION OF MINERALS, METALS & MATERIALS - TMS CONFERENCE, Fev. 2010. Seattle, USA, p. 1-8.
- 25 WANBUA, P.; IVENS, I.; VERPOEST, I. Natural fibers can they replace glass and fiber reinforced plastics? *Composites Science Technology*, v. 63, p.1259-1264, 2003.